



PATENTSCHRIFT 148 349

Wirtschaftspatent

Erteilt gemäß § 5 Absatz 1 des Änderungsgesetzes zum Patentgesetz

In der vom Anmelder eingereichten Fassung veröffentlicht

(11) 148 349 (44) 20.05.81 Int. Cl.³ 3(51) C 23 C 11/08
(21) WP C 23 C / 218 193 (22) 28.12.79

-
- (71) siehe (72)
(72) Ebersbach, Gerhard, Dr.-Ing.; Schürer, Christian,
Dipl.-Phys., DD
(73) siehe (72)
(74) Dipl.-Ing. Dipl.-Jur. Dieter Seerig, Forschungszentrum des
Werkzeugmaschinenbaues Karl-Marx-Stadt im VEB
Werkzeugmaschinenkombinat „Fritz Heckert“,
9010 Karl-Marx-Stadt, Karl-Marx-Allee 4
-

- (54) Verfahren zur Herstellung extrem harter, verschleißfester
Schichten erhöhter Haftfestigkeit
-

(57) Verfahren zur Herstellung extrem harter, verschleißfester Deckschichten erhöhter Haftfestigkeit für Werkzeuge bzw. Werkzeugeinsätze aus Hartmetall oder Stahl, insbesondere der Zerspanung hochfester Werkstoffe. Ziel der Erfindung ist es, die Möglichkeit der Herstellung extrem harter Schichten mit Härtewerten von mehr als 1000 kpm⁻² durch die PVD-Verfahren zu nutzen. Der Erfindung liegt die Aufgabe zugrunde, die Haftung der nach einem PVD-Verfahren hergestellten Deckschicht auf der Unterlage zu verbessern, insbesondere den Anteil der chemischen Bindungskräfte zu vergrößern. Die Aufgabe wird dadurch gelöst, daß mittels eines der an sich bekannten PVD-Verfahren eine bzw. mehrere Hartstoffschichten als Stützschiicht erzeugt werden und vor dem Aufbringen der Deckschicht die Schichtbildung durch Druckminderung und Abkühlung abgebrochen wird. Gleichzeitig mit dem Abbruch des CVD-Verfahrens wird ein an sich bekanntes PVD-Verfahren plasma- oder ionengeschützt eingeleitet und die extrem harte Deckschicht gebildet.

Titel der Erfindung

Verfahren zur Herstellung extrem harter, verschleißfester Deckschichten erhöhter Haftfestigkeit

Anwendungsgebiet der Erfindung

Die Erfindung betrifft ein Verfahren zur Herstellung extrem harter, verschleißfester Deckschichten erhöhter Haftfestigkeit für Werkzeuge bzw. Werkzeugeinsätze aus Hartmetall oder Stahl insbesondere zur Zerspanung hochfester Werkstoffe.

Charakteristik der bekannten technischen Lösungen

Um verschleißmindernde Deckschichten auf Unterlagen herzustellen, nutzt man die CVD-(chemical vapor deposition)-Verfahren oder die PVD-(physical vapor deposition)-Verfahren.

Bei den CVD-Verfahren werden Hartstoffschichten der den jeweiligen Herstellungsbedingungen entsprechenden stabilen Modifikationen der Reaktanten, wie in der DE-OS2323652 beschrieben, als verschleißmindernde Schichten erzeugt. Dabei entsteht durch Diffusion und Verbindungsbildung ausreichende Haftung für beschichtete Werkzeuge und Werkzeugeinsätze aus Hartmetall oder Stahl beispielsweise für die Zerspanung von festen Werkstoffen.

Die Haftkräfte können im Extremfall sogar die Bindungskräfte in der Schicht übersteigen.

Wie bereits erwähnt, ist es gleichfalls möglich, mit den PVD-Verfahren verschleißmindernde Hartstoffschichten herzustellen. Diese Verfahren laufen meist im Hoch- bzw. Feinvakuum oder im Niederdruckbereich unter Einwirkung beschleunigter Teilchen ab. Im Gegensatz zu den CVD-Verfahren können die Schichten auf gekühlten Unterlagen abgeschieden werden. Darüber hinaus besteht die Möglichkeit auch metastabile, extrem harte Schichten, die Diamant- oder metastabiles Bornitrid enthalten, zu erzeugen.

(DD-PS 133688). Von Nachteil bei den PVD-Verfahren ist die geringe Haftung der Schichten auf den Unterlagen. Die Haftung wird durch Sorptionskräfte bewirkt und ist schwach. Durch spezielle Verfahrensschritte wie Oberflächenreinigung der Unterlagen mittels Inert- oder Aktivgasionenbeschuss (Sputtern, Reinigungsglimmen) vor dem Beschichtungsprozeß oder durch spezielle Prozeßführung, wie reaktives Vakuumaufdampfen, Ionenplattieren, Plasmabeschichtung, Ionenablagerung u. a., wird die Haftung verbessert. Dabei bleibt es jedoch außerordentlich kompliziert, die Schicht chemisch mit dem Grundwerkstoff zu verbinden. Es entstehen nur im geringen Umfang chemische Bindungen durch elektrostatische oder Austausch- bzw. Resonanzkräfte. Dieser Anteil so erzeugter chemischer Bindungen zwischen Schicht und Unterlage reicht für eine Reihe von Anwendungsfällen, wie Mikroelektronik, Optik, Korrosionsschutz u. a., aus, ist jedoch insbesondere für die Anwendung als verschleißhemmende Schicht auf Werkzeugen bzw. Werkzeugeinsätzen aus Hartmetall oder Stahl für die Zerspanung hochfester Werkstoffe in ununterbrochenem bzw. unterbrochenem Schnitt unzureichend.

Durch ein PVD-Verfahren in Verbindung mit Ionenimplantation werden ausreichend chemische Bindungen für die Haftung der Schicht auf der Unterlage für genannten Einsatz wirksam.

Eine Anwendung der Ionenimplantation erfordert jedoch einen hohen, komplizierten technischen Aufwand und ist z. Z. ökonomisch nicht vertretbar.

Ziel der Erfindung

Ziel der Erfindung ist es, die Möglichkeit der Herstellung extrem harter Schichten mit Härtewerten $HV\ 0,04 > 5000\ \text{kpm}^{-2}$ durch die PVD-Verfahren für die Beschichtung von Werkzeugen bzw. Werkzeugeinsätzen aus Hartmetall oder Stahl insbesondere zur Zerspanung hochfester Werkstoffe zu nutzen.

Darlegung des Wesens der Erfindung

Der Erfindung liegt die Aufgabe zugrunde, ein Verfahren zur Herstellung extrem harter, verschleißfester Deckschichten erhöhter Haftfestigkeit für Werkzeuge bzw. Werkzeugeinsätze aus Hartmetall oder Stahl zu entwickeln. Die extrem harte Deckschicht ist nach einem der PVD-Verfahren herzustellen, wobei die spezielle Aufgabe besteht, die Haftung der Deckschicht mit der Unterlage ohne Anwendung der Ionenimplantation bedeutend zu erhöhen, insbesondere den Anteil der chemischen Bindungskräfte zu vergrößern.

Erfindungsgemäß wird die Aufgabe dadurch gelöst, daß auf die Werkzeuge bzw. Werkzeugeinsätze aus Hartmetall oder Stahl mittels eines an sich bekannten CVD-Verfahrens eine bzw. mehrere Hartstoffschichten als Stützschiicht aufgebracht werden und vor dem Aufbringen der Deckschicht die Schichtbildung durch Druckminderung infolge Drosselung der Reaktivgaszufuhr und Abkühlung des zu beschichtenden Werkzeuges bzw. Werkzeugeinsatzes abgebrochen wird und gleichzeitig mit dem Vorgang des Abbruches des CVD-Verfahrens ein an sich bekanntes PVD-Verfahren, plasma- oder ionengestützt, eingeleitet und die extrem harte Deckschicht abgeschieden wird. Das bis auf $1150 - 1450\ ^\circ\text{K}$ erwärmte Werkzeug bzw. der erwärmte Werkzeugeinsatz wird bis auf $200\ ^\circ\text{K}$ abgekühlt und der Druck von $10^2 - 10^5\ \text{Pa}$ auf $10^{-2}\ \text{Pa}$ ge-

drosselt. Die Stützschrift bzw. Stützschriften bestehen vorzugsweise aus Carbiden, Nitriden, Boriden oder Siliciden oder deren Kombinationen der Elemente der III. bis VI. Nebengruppe des Periodensystems. Die extrem harte Deckschrift ist diamantähnlich oder diamanthaltig bzw. besteht aus Bor-nitrid oder Borcarbid.

Ausführungsbeispiel

Die Erfindung ist nachstehend anhand eines bevorzugten Ausführungsbeispieles näher erläutert.

Im Rezipienten einer Hochvakuumapparatur befinden sich Werkzeuge aus Hartmetall auf einem Heiz- und bis zu tiefen Temperaturen kühlbaren Werkzeugträger. Nach einer Oberflächenreinigung der Werkzeuge mittels Edelgasionenbeschuss im Ionenenergiebereich von 3 bis 5 keV und einer Ionenstromdichte von $0,5 \text{ mAcm}^{-2}$ werden die Werkzeuge auf eine Temperatur von 1150 bis 1450 K erwärmt und bei einem Druck von $1,3 \times 10^2$ bis $1,05 \times 10^5$ Pa werden Wasserstoff, Titanium-(IV)-chlorid und Benzen in hochgereinigtem Zustand so in den Rezipienten eingelassen, daß sich auf der Substratoberfläche eine geschlossene, 5 bis 8 μm dicke Titaniumcarbidschrift ausbildet. Für die in der Randzone der Titaniumcarbidschrift einzubauende und auf ihr zu bildende extrem harte Deckschrift wird der Druck im Rezipienten verringert bis bei ca. 1 Pa die zur Erzeugung positiver Ionen erforderliche unselbständige Entladung zwischen der im Rezipienten angeordneten Glühkatode und einem Anodengitter gezündet wird, aus der dann auf Werkzeuge bei kontinuierlicher Variation des Potentials der Werkzeuge oder des Plasmas positive Molekülionen und/oder deren Fragmente beschleunigt werden.

Gleichzeitig wird die Zufuhr von Titanium-(IV)-chlorid und Wasserstoff weiter reduziert bzw. abgestellt sowie die Heizung der Werkzeuge abgeschaltet. Während des allmählichen Abkühlens der Werkzeuge wird die Leistungsdichte der auf die Werkzeuge auftreffenden Aktivgas-(C_6H_6)-Ionen durch die bereits erwähnte Variation des Potentials der Werkzeuge oder

des Plasmas erhöht, so daß stets der für chemische Bindungsbildung notwendige Energiebedarf geliefert wird. Nach einer Verringerung des Druckes auf 10^{-2} Pa und entsprechende Änderung der Plasmaparameter und des Aktivgasanteiles wird die Werkzeugtemperatur durch Kühlung mit flüssigem Stickstoff auf 200 K gesenkt. Bei einer mittleren Ionenenergie von etwa 1000 eV erfolgt schließlich die Ausbildung einer diamantähnlichen wasserstoffhaltigen Kohlenstoffschicht, die bei einer Schichtdicke von etwa $4\text{ }\mu\text{m}$ eine Vickershärte von HV 0,04 5000 kpmm^{-2} aufweist. Sie ist innigst mit der darunter im CVD-Verfahren abgeschiedenen Titaniumcarbid-schicht einer Härte von HV 0,02 3000 kpmm^{-2} verbunden. Die so beschichteten Werkzeuge bzw. Werkzeugeinsätze aus Hartmetall oder Stahl besitzen eine so hohe Haftfestigkeit der Deckschicht mit der Unterlage, daß sie auch zur Zerspanung hochfester Werkstoffe eingesetzt werden können.

Erfindungsanspruch

1. Verfahren zur Herstellung extrem harter, verschleißfester Deckschichten erhöhter Haftfestigkeit für Werkzeuge bzw. Werkzeugeinsätze aus Hartmetall oder Stahl, gekennzeichnet dadurch, daß auf die Werkzeuge oder Werkzeugeinsätze mittels eines der an sich bekannten CVD-Verfahren eine bzw. mehrere Hartstoffschichten als Stützsichten aufgebracht werden und vor dem Aufbringen der Deckschicht die Schichtbildung durch Druckminderung infolge Drosselung der Reaktivgaszufuhr und Abkühlung des zu beschichtenden Werkzeuges bzw. Werkzeugträgers abgebrochen wird und gleichzeitig mit dem Abbruch des CVD-Verfahrens eines der an sich bekannten PVD-Verfahren plasma- oder ionengestützt zur Bildung einer extrem harten Deckschicht eingeleitet wird.
2. Verfahren nach Punkt 1 dadurch gekennzeichnet, daß das bis auf 1150 K bis 1450 K erwärmte Werkzeug bzw. der erwärmte Werkzeugeinsatz bis auf 200 K abgekühlt und der Druck von 10^2 Pa bis 10^5 Pa auf etwa 10^{-2} Pa gedrosselt wird.
3. Verfahren nach Punkt 1, dadurch gekennzeichnet, daß die Stützsicht bzw. -schichten vorzugsweise aus Carbiden, Nitriden, Boriden oder Siliciden oder deren Kombinationen der Elemente der III. bis VI. Nebengruppe des Periodensystems bestehen.
4. Verfahren nach Punkt 1, dadurch gekennzeichnet, daß die extrem harte Deckschicht vorzugsweise diamantähnlich oder diamanthaltig ist bzw. aus Bornitrid oder Borcarbid besteht.